

МИКРОВОЛНОВАЯ ПРОБОПОДГОТОВКА ДЛЯ АНАЛИЗА КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ МЕТОДОМ АЭС ИСП

Якубенко Е.В., Войткова З.А., Ермолаева Т.Н.

Липецкий государственный технический университет
398600, г. Липецк, ул. Московская, д. 30

Наиболее продолжительной стадией анализа металлов, сплавов и других материалов в лабораториях металлургических предприятий является пробоподготовка, вносящая существенный вклад в погрешность результатов определения. При анализе твердых образцов для устранения помех, связанных со структурой образца, упрощения градуировки требуется перевод объектов анализа в раствор. При разложении проб в открытых сосудах, что рекомендовано ГОСТированными методиками, повышается вероятность потерь определяемых компонентов в виде летучих соединений. Деструкция проб в автоклавах в условиях микроволнового нагрева позволяет исключить потери летучих компонентов и ускорить стадию пробоподготовки.

Разработана методика атомно-эмиссионного определения Cu, Mn, Ni, Si, V, W в конструкционных легированных сталях марок 24Х1М1Ф, 40Х1МФА, 40ХН, 12Х2НВФА, включающая микроволновое разложение образцов. В работе использовали микроволновую систему «Milestone High Performance Microwave Labstation ETHOS PLUS» (Италия) с автоклавами ротора высокого давления HPR – 1000/10S (внутренний объем 100 мл, рабочее давление 100 атм); атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500 Duo фирмы Thermo Scientific (США).

Изучено влияние температуры, мощности магнетрона, времени выдержки при максимальной температуре, объема, природы и соотношения кислот в смеси на полноту переведения в раствор при микроволновом нагреве производственных образцов конструкционных сталей, железа карбонильного и ГСО С9г, С15г, С18г, С19д, С20д, С21д, С22г, С23д массой 0,5 г. Оптимизирован объем HCl, HNO₃, H₂SO₄, HF (10,25 мл), содержащихся в соотношении 3:1:1:0,25 соответственно. Предложено на последней стадии вводить в раствор для связывания избытка HF в комплексную фтористоборную кислоту HBF₄ 0,5 мл H₃BO₃ (4 %, масс). Во избежание вскрытия автоклава предложен ступенчатый микроволновый нагрев пробы до 210°C с последующим выдерживанием при этой температуре в течение 15 мин (мощность микроволнового поля 1000 Вт). Такой подход позволил в 3 раза сократить продолжительность деструкции по сравнению с рекомендованным ГОСТ.

Оптимизированы условия определения Cu, Mn, Ni, Si, V, W в конструкционных легированных сталях. Изучено влияние спектральных и неспектральных помех на результаты анализа. Для получения градуировочных функций применяли стандартные растворы железа карбонильного и ГСО С9г, С15г, С18г, С19д, С20д, С21д, С22г, С23д. Градуировочные функции, представленные в координатах относительная интенсивность сигнала (отношение интенсивностей линий определяемого элемента и внутреннего стандарта, в качестве которого выбран основной компонент – железо) – концентрация определяемого элемента, линейны в диапазонах концентраций (% , масс): 0,0005 – 0,701, 0,005 – 3,41, 0,0001– 0,208, 0,74 – 4,93, 0,0009 – 0,71, 0,0005 – 3,12 - для Mn, Ni, Cu, W, V, Si, соответственно. Пределы обнаружения, рассчитанные по 3s-критерию для V, W, Si, Mn, Cu, Ni составили, соответственно, %, масс: $0,22 \cdot 10^{-2}$, $1,5 \cdot 10^{-2}$, $5,7 \cdot 10^{-2}$, $0,57 \cdot 10^{-2}$, $0,04 \cdot 10^{-2}$, $1,7 \cdot 10^{-2}$. Правильность разработанной методики определения Mn, Ni, Cr, Cu, W, V подтверждена путем анализа ГСО и сопоставления результатов с данными, полученными альтернативными методами.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА $\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{Ta}_2\text{O}_{11}$

Плехов Е.И., Кадникова Е.Н., Штин С.А.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Одной из важнейших задач современной аналитической химии является количественное определение тяжелых металлов в различных объектах окружающей среды. Для контроля их содержания необходимы точные, чувствительные и экспрессные методы анализа. Такими качествами обладает метод потенциометрии с использованием ионоселективных электродов (ИСЭ). Поэтому цель работы – исследовать возможность применения новых электродов в ионометрии.

На основе $\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{Ta}_2\text{O}_{11}$ изготовлены пленочные электроды с твердым контактом (инертные матрицы – полиметилметакрилат – ПММА, поливинилхлорид – ПВХ и полистирол – ПС). Изучены их основные характеристики, а именно: область линейности и крутизна основной электродной функции, рабочая область pH, – и определены коэффициенты потенциометрической селективности по отношению к различным ионам (табл. 1). В работе изучено поведение электродов, изготовленных различными способами.